

## 日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

23.03.00

REC'D 19 MAY 2000

WIPO

PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1999年 3月29日

出 願 番 号

Application Number:

平成11年特許願第086898号

出 願 人

Applicant(s):

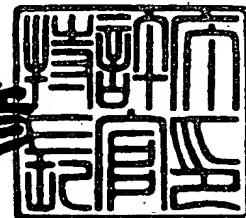
ダイキン工業株式会社

PRIORITY  
DOCUMENTSUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 4月28日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特2000-3030347

【書類名】 特許願  
 【整理番号】 JP-11308  
 【提出日】 平成11年 3月29日  
 【あて先】 特許庁長官 伊佐山 建志 殿  
 【国際特許分類】 C08L 27/12

【発明者】  
 【住所又は居所】 大阪府摂津市西一津屋 1 番 1 号 ダイキン工業株式会社  
 淀川製作所内

【氏名】 富橋 信行  
 【発明者】

【住所又は居所】 大阪府摂津市西一津屋 1 番 1 号 ダイキン工業株式会社  
 淀川製作所内  
 【氏名】 荻田 耕一郎

【発明者】  
 【住所又は居所】 大阪府摂津市西一津屋 1 番 1 号 ダイキン工業株式会社  
 淀川製作所内  
 【氏名】 宮谷 敏雄

【特許出願人】  
 【識別番号】 000002853  
 【氏名又は名称】 ダイキン工業株式会社

【代理人】  
 【識別番号】 100065226  
 【弁理士】  
 【氏名又は名称】 朝日奈 宗太  
 【電話番号】 06-6943-8922

【選任した代理人】  
 【識別番号】 100098257  
 【弁理士】  
 【氏名又は名称】 佐木 啓二

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 001627

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9004642

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 フッ素樹脂粉体塗料組成物

【特許請求の範囲】

【請求項1】 300℃以上で焼付けを行なうフッ素樹脂粉体塗料組成物において、塗膜形成用フッ素樹脂組成物が白色剤として表面処理されたルチル型酸化チタン粒子を含むことを特徴とするフッ素樹脂粉体塗料組成物。

【請求項2】 前記表面処理されたルチル型酸化チタン粒子が、酸化アルミニウムおよび／または酸化ケイ素で表面処理されたルチル型酸化チタンである請求項1記載の塗料組成物。

【請求項3】 前記塗膜形成用フッ素樹脂組成物が、フッ素樹脂と熱安定剤と表面処理されたルチル型酸化チタン粒子を含む請求項1または2記載の塗料組成物。

【請求項4】 前記塗膜形成用フッ素樹脂組成物が、フッ素樹脂100重量部に対して熱安定剤0.3～3重量部および表面処理されたルチル型酸化チタン粒子0.5～10重量部を含む請求項3記載の塗料組成物。

【請求項5】 前記フッ素樹脂がパーフルオロ樹脂である請求項1～4のいずれかに記載の塗料組成物。

【請求項6】 前記パーフルオロ樹脂が、溶融成形可能なパーフルオロ樹脂である請求項5記載の塗料組成物。

【請求項7】 前記パーフルオロ樹脂が、テトラフルオロエチレンおよびパーフルオロ（アルキルビニルエーテル）および／またはヘキサフルオロプロピレンの共重合体である請求項6記載の塗料組成物。

【請求項8】 前記熱安定剤が、70℃以上の融点を有する熱安定剤である請求項3～7のいずれかに記載の塗料組成物。

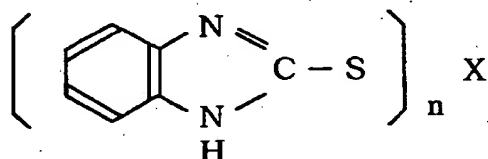
【請求項9】 前記熱安定剤が、有機イオウ系熱安定剤、アミン系熱安定剤および／または金属粉末系熱安定剤を含む請求項3～8のいずれかに記載の塗料組成物。

【請求項10】 前記熱安定剤が、有機イオウ系熱安定剤とアミン系熱安定剤とを併用してなる請求項9記載の塗料組成物。

【請求項 11】 前記熱安定剤が、有機イオウ系熱安定剤とアミン系熱安定剤と金属粉末系熱安定剤とを併用してなる請求項 9 記載の塗料組成物。

【請求項 12】 前記有機イオウ系熱安定剤が、  
式 (I) :

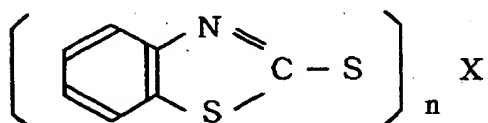
【化 1】



(式中、XはH、Zn、SnまたはCd、nは1~4の整数)で示されるベンゾイミダゾール系メルカプタン化合物；

式 (II) :

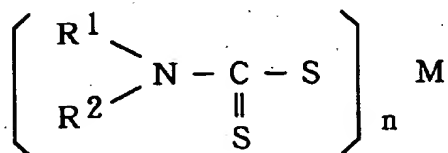
【化 2】



(式中、XはH、Zn、SnまたはCd、nは1~4の整数)で示されるベンゾチアゾール系メルカプタン化合物；

式 (III) :

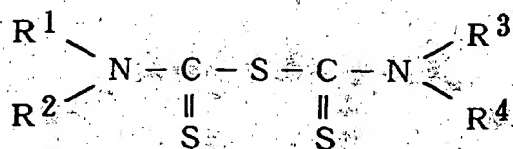
【化 3】



(式中、R<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>は炭素数2~16のアルキル基またはアリール基、MはZn、Sn、CdまたはCu、nは1~4の整数)で示されるチオカルバミン酸またはその塩；

式 (IV) :

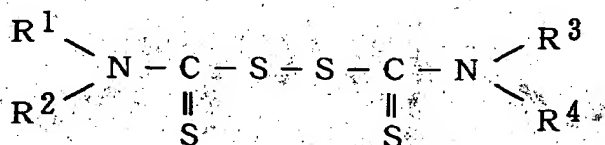
【化 4】



(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ および $R^4$ は炭素数2～16のアルキル基またはアリール基)で示されるチウラムモノサルファイド;

式 (V) :

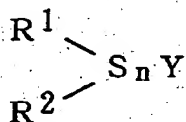
【化 5】



(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ および $R^4$ は炭素数2～16のアルキル基またはアリール基)で示されるチウラムジサルファイド;または

式 (VI) :

【化 6】



(式中、Yはメルカプタン残基、 $R^1$ および $R^2$ は同じかまたは異なりいずれも炭素数2～16のアルキル基またはアリール基)で示される有機スズメルカプチド化合物

の1種または2種以上である請求項9～11にいずれかに記載の塗料組成物。

【請求項13】 前記有機イオウ系熱安定剤が、式 (II) で示されるベンゾチアゾール系メルカプタン化合物である請求項12記載の塗料組成物。

【請求項14】 前記有機イオウ系熱安定剤が、2-メルカプトベンゾチアゾール亜鉛塩である請求項12記載の塗料組成物。

【請求項 15】 前記アミン系熱安定剤が、ベンゼン環を 3 個以上含む芳香族アミン系熱安定剤である請求項 3～14 のいずれかに記載の塗料組成物。

【請求項 16】 前記芳香族アミン系熱安定剤が、80℃以上の融点を有する化合物である請求項 15 記載の塗料組成物。

【請求項 17】 前記芳香族アミン系熱安定剤が、4,4-ビス(α,α-ジメチルベンジル)ジフェニルアミンである請求項 16 記載の塗料組成物。

【請求項 18】 前記金属粉末系熱安定剤が、コバルト粉末、鉄粉末、亜鉛粉末、スズ粉末または銅粉末の 1 種または 2 種以上である請求項 3～9 または 11～15 のいずれかに記載の塗料組成物。

【請求項 19】 前記熱安定剤が、式 (II) で示される有機イオウ系熱安定剤と融点が 80℃以上でベンゼン環を 3 個以上有する芳香族アミン系熱安定剤とを含む請求項 3～7 のいずれかに記載の塗料組成物。

【請求項 20】 前記熱安定剤が、2-メルカプトベンゾチアゾール亜鉛塩と 4,4-ビス(α,α-ジメチルベンジル)ジフェニルアミンとを含む請求項 19 記載の塗料組成物。

【請求項 21】 前記熱安定剤が、2-メルカプトベンゾチアゾール亜鉛塩と 4,4-ビス(α,α-ジメチルベンジル)ジフェニルアミンとを重量比で 50/50～99/1 の割合で含む請求項 19 記載の塗料組成物。

【請求項 22】 請求項 1～21 のいずれかに記載の粉体塗料組成物を塗装し 300℃以上で焼き付けて得られるフッ素樹脂塗膜であって、白色度が 60 以上である塗膜。

【請求項 23】 白色度(L値)が 70 以上である請求項 22 記載の塗膜。

【請求項 24】 請求項 22 または 23 に記載の塗膜を表面に有する物品。

【請求項 25】 内面に請求項 22 または 23 記載の塗膜を有する医薬、食品または医療衛生用のタンク。

【請求項 26】 外面に請求項 22 または 23 記載の塗膜を有する化学装置機材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は白色度の高いフッ素樹脂塗膜を与えるフッ素樹脂粉体塗料組成物および該フッ素樹脂塗膜を有する各種物品に関する。

【0002】

【従来の技術】

フッ素樹脂コーティングはフッ素樹脂の耐溶剤性、耐熱性、非粘着性、耐薬品性、電気絶縁性などの優れた性質を利用して、化学工業プラントの反応用や貯蔵用のタンク、反応塔、配管の内張り、攪拌機、加工用のロールなどの周辺化学装置機材の外表面コーティングなどとして、広く使用されている。

【0003】

ところでフッ素樹脂の粉体塗料は、塗装後に高温、特に300℃以上で焼き付けるためフッ素樹脂の熱分解による発泡が生じやすく、熱安定剤の添加が必須である。

【0004】

しかし、この熱安定剤を添加することによりフッ素樹脂の分解はかなり抑えられるが、今度は熱安定剤が分解してしまうため、本来透明ないし白色であるフッ素樹脂塗膜がその分解残渣により焼き付け塗膜が褐色ないし黒色に変色してしまったり色むらが生じるという問題がある。変色の原因としてはフッ素樹脂の熱劣化も考えられる。

【0005】

一方、近年、医薬や食品、医療衛生などの分野で化学物質の合成用や貯蔵用のタンクの汚れが暗色のコーティングでは確認できないため、さらには美観や清潔感の点から、できるだけ白色に近い色とすることが求められている。

【0006】

塗膜の色を白色にする方法の一般的な方法としては、塗料用の白色顔料を充填する方法がある。そうした白色顔料としては酸化チタン、炭酸カルシウム、酸化亜鉛、硫酸バリウムなどが知られている。しかし、本発明者らが実験を行なったところ、汎用の塗料用の白色顔料では色ムラが生じてしまい満足のいく塗膜は形成できなかった。



【0007】

また、別のアプローチとして熱安定剤を変更する方法も考えられる。しかしこのアプローチでも、熱安定剤を変えただけでは変色は抑えられなかった。しかも塗料用の白色顔料を配合すると相変わらず色ムラが生じてしまう。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、白色度の高いフッ素樹脂塗膜を与えるフッ素樹脂粉体塗料組成物を提供することを目的とする。

【0009】

本発明はまた、該フッ素樹脂粉体塗料組成物を塗装して得られる白色度の高い塗膜を外面に有する各種物品を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】

すなわち本発明は、300℃以上で焼付けを行なうフッ素樹脂粉体塗料組成物において、塗膜形成用フッ素樹脂組成物が白色剤として表面処理されたルチル型酸化チタン粒子を含むことを特徴とするフッ素樹脂粉体塗料組成物に関する。

【0011】

本発明において前記塗膜形成用フッ素樹脂組成物は、フッ素樹脂と熱安定剤と表面処理されたルチル型酸化チタン粒子を含む組成物であることが好ましく、またフッ素樹脂がパーフルオロ樹脂、特に熔融成形可能なパーフルオロ樹脂であり、熱安定剤が70℃以上の融点を有しているのが好ましい。

【0012】

本発明はさらに、前記の本発明の塗料組成物を塗装し300℃以上で焼き付けて得られるフッ素樹脂塗膜であって白色度が60以上である塗膜、および該塗膜を表面に有する物品に関する。

【0013】

【発明の実施の形態】

本発明の粉体塗料の塗膜形成用フッ素樹脂組成物に使用するフッ素樹脂としては、300℃での焼付けに耐え得るフッ素樹脂である。このようなフッ素樹脂と

してはパーフルオロ樹脂であっても、フッ化ビニリデン系共重合体やエチレンとテトラフルオロエチレンとの共重合体、エチレンとクロロトリフルオロエチレンとの共重合体などの非パーフルオロ樹脂であってもよいが、耐熱性や耐溶剤性、非粘着性、耐薬品性、電気絶縁性などが優れている点からパーフルオロ樹脂が好ましい。またパーフルオロ樹脂のうちでも塗膜形成性に優れピンホールが生じにくいから、溶融成形が困難なポリテトラフルオロエチレン (PTFE) よりも、溶融成形可能なパーフルオロ樹脂が好ましい。

## 【0014】

溶融成形可能なパーフルオロ樹脂としてはテトラフルオロエチレン (TFE) 系の共重合体、たとえば TFE とパーフルオロ (アルキルビニルエーテル) (PAVE)、ヘキサフルオロプロピレン (HFP) の少なくとも 1 種との共重合体が好ましい。特に TFE および PAVE および/または HFP の共重合体、具体的には TFE-PAVE 共重合体 (PFA)、TFE-HFP 共重合体 (FEP)、TFE-PAVE-HFP 共重合体が好ましい。

## 【0015】

PAVE としてはパーフルオロ (メチルビニルエーテル) (PMVE)、パーフルオロ (エチルビニルエーテル) (PEVE)、パーフルオロ (プロピルビニルエーテル) (PPVE) などの 1 種または 2 種以上があげられ、特に PPVE が好ましい。

## 【0016】

本発明の特徴の 1 つは、塗膜形成用フッ素樹脂組成物がフッ素樹脂のほかに、白色剤として表面処理されたルチル型酸化チタン粒子を含んでいることである。

## 【0017】

本発明で使用する酸化チタンは、表面処理されていること、および結晶型がルチル型であることが必要である。後述する比較例に示すとおり、一般の塗料用の白色顔料である未処理の酸化チタンでは色ムラが生じてしまい、また酸化チタンのもう一方の結晶型であるアナターゼ型の酸化チタンでも色ムラが生じてしまう。

## 【0018】

ルチル型酸化チタンの表面処理剤としては酸化アルミニウムおよび／または酸化ケイ素を含むものが好ましく、さらに酸化ケイ素含有量の多いものが好ましい。

【0019】

酸化チタンの平均粒径は特に限定されないが、通常市販されている大きさ、たとえば0.1～1.0  $\mu\text{m}$ 程度である。

【0020】

本発明で特に好ましく使用される表面処理ルチル型酸化チタンとしては、たとえば石原産業（株）製のタイパーク（登録商標）CR-90、CR-95、CR-97；テイカ（株）

製のチタニックス（登録商標）R-805；デュポン社製のタイピュアー（登録商標）R-960、R-902などがあげられ、これらと同等の表面処理がなされたルチル型酸化チタンも同様に好ましく使用できる。

【0021】

表面処理ルチル型酸化チタンの配合量は、フッ素樹脂100重量部（以下、[部]という）に対して0.1～10部、好ましくは0.5～10部、さらに好ましくは1～5部である。0.1部よりも少なくなると塗膜に目的とする白色度を与えることができず、20部を超えるとフッ素樹脂塗膜の非粘着性および耐食性が低下する。

【0022】

本発明のフッ素樹脂粉体塗料組成物には熱安定剤が配合される。熱安定剤としては種々の公知の熱安定剤が使用できるが、各成分をドライ混合して粉体塗料組成物を調製する際、60℃以上、通常70℃以上になるため、熱安定剤は融点が70℃以上、好ましくは80℃以上のものを使用する。この点が熱安定剤に関して粉体塗料に特徴的な点である。

【0023】

かかる熱安定剤としては、有機イオウ系熱安定剤、アミン系熱安定剤および／または金属粉末系熱安定剤を含むものが好ましくあげられる。

【0024】

好ましい組合せとしては、有機イオウ系熱安定剤とアミン系熱安定剤との併用系、さらに有機イオウ系熱安定剤とアミン系熱安定剤と金属粉末系熱安定剤との併用系があげられる。

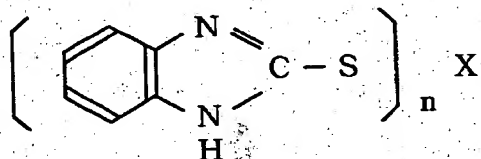
【0025】

有機イオウ系熱安定剤としては、たとえば

式 (I) :

【0026】

【化7】



【0027】

(式中、XはH、Z<sub>n</sub>、S<sub>n</sub>またはC<sub>d</sub>、nは1~4の整数)で示されるベンゾイミダゾール系メルカプタン化合物、

式 (II) :

【0028】

【化8】



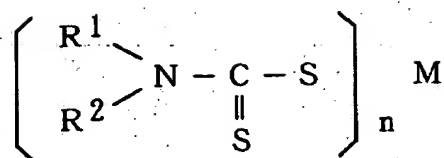
【0029】

(式中、XはH、Z<sub>n</sub>、S<sub>n</sub>またはC<sub>d</sub>、nは1~4の整数)で示されるベンゾチアゾール系メルカプタン化合物、

式 (III) :

【0030】

【化 9】



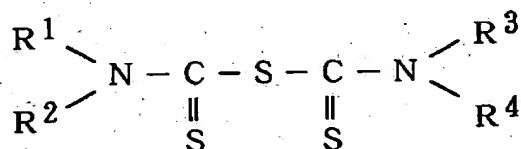
【0031】

(式中、 $R^1$ および $R^2$ は炭素数2～16のアルキル基またはアリール基、MはZn、Sn、CdまたはCu、nは1～4の整数)で示されるチオカルバミン酸またはその塩;

式 (IV) :

【0032】

【化 10】



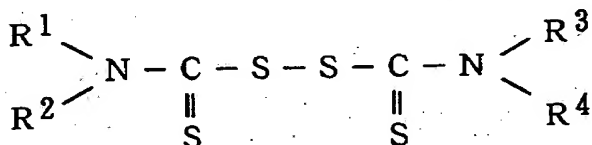
【0033】

(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ および $R^4$ は炭素数2～16のアルキル基またはアリール基)で示されるチウラムモノサルファイド;

式 (V) :

【0034】

【化 11】



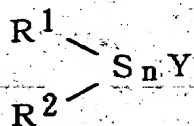
【0035】

(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ および $R^4$ は炭素数2～16のアルキル基またはアリール基)で示されるチウラムジサルファイド;または

式 (VI) :

【0036】

【化12】



【0037】

(式中、Yはメルカプタン残基、 $R^1$ および $R^2$ は同じかまたは異なりいずれも炭素数2～16のアルキル基またはアリール基)で示される有機スズメルカプチド化合物

の1種または2種以上があげられる。

【0038】

具体例としては、たとえば式(I)で示される2メルカプトンベンゾチアゾール、2メルカプトンベンゾイミダゾールなどのベンゾイミダゾール系メルカプタン化合物；式(II)で示される2-メルカプトベンゾチアゾール亜鉛塩などのベンゾチアゾール系メルカプタン化合物；式(III)で示されるエチルフェニルジチオカルバミン酸亜鉛、ジブチルジチオカルバミン酸亜鉛などのチオカルバミン酸またはその塩；式(IV)で示されるテトラメチルーチウラムモノサルファイドなどチウラムモノサルファイド；式(V)で示されるテトラメチルーチウラムジサルファイドなどのチウラムジサルファイド；式(VI)で示されるジブチル錫マレエード、ジブチル錫メルカプチドなどの有機スズメルカプチド化合物があげられる。

【0039】

これらのうち熱安定性効果、耐薬品性の点からベンゾチアゾール系メルカプタン化合物が好ましく、特に2-メルカプトベンゾチアゾール亜鉛塩が好ましい。

【0040】

アミン系熱安定剤としては、ベンゼン環を3個以上、好ましくは3～4個含む芳香族アミン系熱安定剤が好ましく、さらに融点が80℃以上のものが好適であ

る。この芳香族アミン系熱安定剤は特に有機イオウ系熱安定剤と併用するときに分解温度の違いにより熱安定性効果を向上させる働きをする。

## 【0041】

芳香族アミン系熱安定剤の具体例としては、たとえば4,4-ビス( $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジメチルベンジル)ジフェニルアミン、ジナフチルアミン、フェニル- $\alpha$ -ナフチルアミン、フェニル- $\beta$ -ナフチルアミン、ジフェニル-p-フェニレンジアミン、フェニルシクロヘキシル-p-フェニレンジアミン、アルドール- $\alpha$ -ナフチルアミン、ジフェニルアミンなどがあげられ、特に4,4-ビス( $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジメチルベンジル)ジフェニルアミンが好ましい。

## 【0042】

金属粉末系熱安定剤としては、コバルト粉末、鉄粉末、亜鉛粉末、スズ粉末または銅粉末の1種または2種以上があげられる。金属粉末系熱安定剤は単独で使用するよりも前記有機イオウ系熱安定剤およびアミン系熱安定剤と併用することが好ましい。

## 【0043】

有機イオウ系熱安定剤とアミン系熱安定剤と金属粉末系熱安定剤との比率は重量比で

50~100/0~50/0~50、好ましくは50~99/1~50/0~30である。

## 【0044】

熱安定剤の配合量は、フッ素樹脂100部に対して0.1~3部、好ましくは0.5~3.0である。0.1部よりも少ないと十分な熱安定効果が得られず、3部よりも多いと得られう塗膜の白色度が低下する。

## 【0045】

特に好ましい熱安定剤の組合せとしては、式(II)で示される有機イオウ系熱安定剤と融点が80℃以上でベンゼン環を3個以上有する芳香族アミン系熱安定剤との組合せであり、さらに具体的には、2-メルカプトベンゾチアゾール亜鉛塩と4,4-ビス( $\alpha$ ,  $\alpha$ -ジメチルベンジル)ジフェニルアミンとを望ましくは重量比で50/50~99/1の割合で組合せたものが好ましい。

【0046】

本発明のフッ素樹脂粉体塗料組成物において、得られる塗膜の白色度を大きく低下させない限り、粉体塗料用の各種の添加剤を配合してもよい。そうした添加剤としては、たとえばカーボン繊維、チタン酸ウイスキー、フッ化カーボンなどの帯電防止剤、ガラス繊維、マイカなどの補強剤などがあげられる。

【0047】

本発明の粉体塗料は従来と同様の方法により混合し調製することにより得られる。たとえばサンプルミル、V型ブレンダー、円錐型ブレンダー、リボンミキサーなどの通常の混合機および粉砕機がいずれも特別な制限なしで使用しうる。また、組成物を有機媒体や水性媒体中に分散した液状または、スラリー状の形態として使用することもできる。

【0048】

得られる粉体塗料の平均粒径は従来より使用されている範囲、たとえば10～500  $\mu\text{m}$ 、好ましくは20～300  $\mu\text{m}$ 程度である。

【0049】

塗装方法も従来と同様の塗装法が採用でき、たとえば吹き付け、流動浸漬などの静電塗装法；回転成形によるライニングなどが適宜適用できる。

【0050】

塗装されたのち塗膜は300℃以上、通常300～400℃で焼き付けられる。形成する塗膜の厚さは30～5000  $\mu\text{m}$ の範囲とされるが、具体的な膜厚は目的や用途に応じて適宜選定すればよく、1回で厚塗りしてもよいし、1回の塗装膜厚を30～150  $\mu\text{m}$ とし複数回重ね塗りしてもよい。重ね塗りする場合は1回ごとに焼付けを行なう方が膜厚調整の点から好ましい。

塗装する基材は従来フッ素樹脂粉体塗料を塗装し得る基材であれば限定されない。たとえばアルミニウム、ステンレススチール、Ni合金、金属ダイカストなどの金属系基材；ガラス、磚子などのセラミック系基材などが例示できるが、これらのみに限定されるものではない。

【0051】

基材の種類によっては、基材の塗装すべき表面に、予めサンドブラスト処理や



酸化皮膜処理などの表面処理を施すことも有効である。また、プライマー層を形成することもよい。特にプライマー層を形成することにより、得られる塗膜の色ムラをさらに抑えることができる。

## 【0052】

本発明のフッ素樹脂粉体塗料組成物を用いるときは、白色度（L値）が60以上の白色に富む塗膜が得られる。さらに、前記の好ましい表面処理ルチル型酸化チタンの量を増やし、かつ前記の好ましい熱安定剤を組合せて使用することにより、白色度が70以上、さらには80以上の塗膜までも形成することができる。

## 【0053】

本発明は、かかる白色度の高いフッ素樹脂塗膜を表面に有する物品にも関する。具体的な物品としては、たとえば反応タンク、貯蔵タンク、配管、攪拌機、ロール、弁、反応塔、遠心脱水機などの化学物質と接触する面の化学装置機材のコーティングなどとして本発明の塗膜を用いる物品が例示できるが、これらのみに限定されるものではない。

## 【0054】

特に本発明の物品は、白色度が高く汚れの検出が容易なため、医薬、食品、医療衛生などの分野で使用される物品として好適である。

## 【0055】

## 【実施例】

つぎに本発明を実施例に基づいて説明するが、本発明はかかる実施例のみに限定されるものではない。

## 【0056】

## 実施例1

平均粒径60  $\mu\text{m}$ のFEP粉体塗料（ダイキン工業（株）製のNC1500）10kgを4枚羽根攪拌翼を備えた攪拌室の大きさが50リットルの攪拌機（昭和エンジニアリング（株）製のスピードニーダー）に投入し、ついで4，4-ビス（ $\alpha$ ， $\alpha$ -ジメチルベンジル）ジフェニルアミンと2-メルカプトベンゾチアゾール亜鉛塩とコバルト粉末との3：3：2（重量比）の混合物（表1の安定剤種類I）を0.2kgおよび表面処理ルチル型酸化チタン（酸化アルミニウム／

酸化ケイ素の重量比が2～5／3～5の混合物で表面処理されたもの。石原産業（株）製のタイパークCR-93）を0.5kg投入し、1500rpmで30分間ドライブレンドしてFEP系粉体塗料を製造した。

## 【0057】

このFEP系粉体塗料をつぎのようにアルミニウム板および鉄板に粉体塗装し、焼き付け、得られた塗膜の白色度（L値）、色ムラおよび発泡の有無を調べた。結果を表1に示す。

## 【0058】

## （白色度）

表面にプライマー層（ダイキン工業（株）製のEK1959DGN）が設けられたアルミニウム板（100×100×1.5mm）に、静電塗装機（小野田セメント（株）製のGX3300）を用いて印加電圧4.0kVにて粉体塗料を焼付け後の膜厚が約100μmとなるように静電塗装する。塗装後、電気炉中で350℃で30分間焼き付ける。ついで同じ塗装を2回繰り返す（3回目の焼付け条件は340℃×60分間）、合計膜厚が約250～300μmのフッ素樹脂塗膜が形成されたテストパネルを作製する。この塗膜をスガ試験機（株）製のSMカラーコンピュータ（型式SM-7）により、白色度（L値）を測定する。

## 【0059】

## （色ムラ）

白色度の測定用に作製したテストパネルの塗膜を目視で観察し、つぎの基準で評価する。

## 【0060】

- A：色ムラがない。
- B：若干色ムラがある。
- C：明らかに色ムラがある。

## 【0061】

## （発泡度）

サンドブラスト処理した鉄板にプライマー（ダイキン工業（株）製のEK1083GB）を塗装し90℃で10分間、乾燥後380℃で10分間焼き付ける。

さらにプライマー（ダイキン工業（株）製のEK1883GB）を塗装、乾燥、焼付けする。このプライマー層面に10cm×10cmの長方形の型枠を載置し、型枠内に粉体塗料を焼付け後に膜厚が約2000 $\mu$ mとなるように充填する。型枠を静かに取り外したのち、340℃にて14時間電気炉中で焼成し、焼成後の塗膜の発泡状態を目視で観察し、つぎの基準で評価する。

【0062】

- A：発泡が認められなかった。
- B：わずかに発泡が認められた。
- C：全面に発泡が認められた。

【0063】

実施例2～6

実施例1において、熱安定剤の種類および量、酸化チタンの量を表1に示すとおりに変更したほかは実施例1と同様にしてフッ素樹脂粉体塗料を調製し、実施例1と同様に白色度（L値）、色ムラおよび発泡度を調べた。結果を表1に示す。

【0064】

実施例5～6で使用した熱安定剤は4，4-ビス（ $\alpha$ ， $\alpha$ -ジメチルベンジル）ジフェニルアミンと2-メルカプトベンゾチアゾール亜鉛塩の1：1（重量比）（表1の安定剤種類II）である。

【0065】

比較例1～6

実施例1において、熱安定剤の種類および量、酸化チタンの量を表1に示すとおりに変更したほかは実施例1と同様にしてフッ素樹脂粉体塗料を調製し、実施例1と同様に白色度（L値）、色ムラおよび発泡度を調べた。結果を表1に示す。

【0066】

比較例1～2では熱安定剤を使用せず、比較例3～4では熱安定剤として2-メルカプトベンゾチアゾール亜鉛塩とジ- $\beta$ -ナフチル-p-フェニレンジアミンとの1：1（重量比）（表1の安定剤種類III）を使用した。また比較例5で

は白色剤として表面処理されていないルチル型酸化チタン（古河鋳業（株）製のFR-22）を使用し、比較例6では表面処理されていないアナターゼ型酸化チタン（古河鋳業（株）製のFA-65）を使用した。

【0067】

#### 実施例7～8

フッ素樹脂としてPFA粉体塗料（ダイキン工業（株）製のAC5500）を用い、表1に示す熱安定剤および白色剤を使用したほかは実施例と同様にしてフッ素樹脂粉体塗料を調製し、実施例1と同様にして白色度、色ムラおよび発泡度を調べた。結果を表1に示す。

【0068】

#### 比較例7

実施例7において、熱安定剤の種類および量、酸化チタンの量を表1に示すとおりに変更したほかは実施例6と同様にしてフッ素樹脂粉体塗料を調製し、実施例7と同様に白色度（L値）、色ムラおよび発泡度を調べた。結果を表1に示す。

【0069】

【表 1】

表 1

実施例 番号	フッ素 樹脂	熱安定剤		白色剤		白色度 (L 値)	色ムラ	発泡度
		種類	量(重量部)	種類	量(重量部)			
1	FEP	I	2	CR-93	5	77.7	A	A
2	FEP	I	2	CR-93	3.5	72.8	A	A
3	FEP	I	2	CR-93	2.5	68.1	A	A
4	FEP	I	1	CR-93	2.5	76.5	A	B
5	FEP	II	2	CR-93	5	80.8	A	A
6	FEP	II	2	CR-93	3.5	78.1	A	A
7	PFA	I	2	CR-93	3.5	73.0	A	A
8	PFA	II	2	CR-93	3.5	77.3	A	A
比較例 1	FEP	—	—	CR-93	2.5	74.4	C	C
比較例 2	FEP	—	—	CR-93	0.5	76.2	B	C
比較例 3	FEP	III	2	CR-93	5	56.6	A	A
比較例 4	FEP	III	0.5	CR-93	5	59.1	A	C
比較例 5	FEP	I	2	FR-22	2.5	60.2	B	C
比較例 6	FEP	I	2	FA-65	5	58.9	B	C
比較例 7	PFA	III	2	CR-93	5	53.3	A	A

【0070】

## 【発明の効果】

本発明によれば、白色度の高いフッ素樹脂塗膜を与えるフッ素樹脂粉体塗料組成物を提供することができ、また、該フッ素樹脂粉体塗料組成物を塗装して得られる白色度の高い塗膜を外面に有する各種物品を提供することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 白色度の高いフッ素樹脂塗膜を与えるフッ素樹脂粉体塗料組成物を提供することができ、また、該フッ素樹脂粉体塗料組成物を塗装して得られる白色度の高い塗膜を外面に有する各種物品を提供する。

【解決手段】 300℃以上で焼付けを行なうフッ素樹脂粉体塗料組成物において、塗膜形成用フッ素樹脂組成物が白色剤として表面処理されたルチル型酸化チタン粒子を含むことを特徴とするフッ素樹脂粉体塗料組成物。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002853]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号 梅田センタービル  
氏 名 ダイキン工業株式会社

